

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

1,4-ФЕНИЛЕНДИАМИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5234—78

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

1,4-ФЕНИЛЕНДИАМИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

1,4-phenylenediamine technical
SpecificationsГОСТ
5234—78

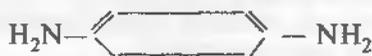
ОКП 24 7221 0400

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на технический 1,4-фенилендиамин, предназначенный для производства высокопрочных термостойких волокон, для крашения меха, а также для синтеза промежуточных продуктов.

Формулы: эмпирическая $C_6H_8N_2$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 108,14.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. В зависимости от способа получения и назначения 1,4-фенилендиамин выпускают двух марок: марки А — из анилина, предназначенного для производства высокопрочных термостойких волокон и для крашения меха; марки Б — из 4-нитроанилина, предназначенного для крашения меха, а также для синтеза промежуточных продуктов.

1.2. 1,4-фенилендиамин должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.3. По физико-химическим показателям 1,4-фенилендиамин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки	
	А	Б
	ОКП 24 7221 0430	ОКП 24 7221 0440
1. Внешний вид	Чешуйки светло-серого цвета с розоватым или лиловым оттенком	Монолит или куски серого цвета с фиолетовым оттенком
2. Массовая доля основного вещества (1,4-фенилендиамина), %, не менее	99	97,5
3. Оттенок	Соответствует стандартному образцу	Соответствует стандартному образцу
4. Температура начала плавления, °С, не ниже	140	—
5. Оптическая плотность раствора 1,4-фенилендиамина в хлороформе с массовой долей 1,5 %, не более	0,8	—
6. Массовая доля воды, %, не более	0,3	—

Наименование показателя	Норма для марки	
	А	Б
	ОКП 24 7221 0430	ОКП 24 7221 0440
7. Массовая доля золы, %, не более	0,05	—
8. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	—	0,5
9. Массовая доля тиосульфата натрия, %, не более	—	0,5

Примечание. Показатели 3, 9 не определяют для продукта, предназначенного для синтеза промежуточных продуктов и высокопрочных термостойких волокон.

Раздел 1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 1,4-фенилендиамин — горючее вещество.

Температура самовоспламенения аэрогеля 461 °С.

Пылевоздушная смесь взрывоопасна, нижний предел взрываемости 29 г/м³.

Температура самовоспламенения аэрозоля 484 °С.

Средства пожаротушения: химическая и воздушно-механическая пены, вода, распыленная вода, водяной пар.

2.2. 1,4-фенилендиамин — чрезвычайно опасное вещество (1-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007).

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 0,05 мг/м³.

Помещение, в котором проводится работа с продуктом, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией, аппаратура герметизирована, загрузка и выгрузка механизированы.

В местах возможного пыления должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы.

2.3. При отборе проб, испытании и применении 1,4-фенилендиамина работающие должны быть обеспечены индивидуальными средствами защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ 12.4.103 от попадания продукта в глаза, на кожу и проникновения его паров и пыли в органы дыхания.

2.1—2.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

Масса партии должна быть не менее 500 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732.2.

Масса средней пробы должна быть не менее 100 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Внешний вид определяют визуально.

4.3. Определение массовой доли основного вещества (1,4-фенилендиамина) для марки Б

4.3.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Хлорамин Б, ч., раствор готовят следующим образом: 22 г хлорамина Б растворяют в 1 дм³ воды, добавляют 2—3 г активного угля, перемешивают и фильтруют. Раствор хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, ч. д. а., с молярной концентрацией $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0,1$ моль/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная, раствор 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., с молярной концентрацией $c(I_2)=0,05$ моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Крахмал растворимый, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4517.

Бумага йодкрахмальная, готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с пределом взвешивания до 200 г.

Мерная колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Мерный цилиндр 1—25, 3—25 по ГОСТ 1770.

Мерный цилиндр 1—50, 3—50 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—1—25 по НТД.

Бюретка 3—2—50—0,1 по НТД.

Колба коническая Кн 1—500—29/32 по ГОСТ 25336.

Часы песочные.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. Проведение испытания

Около 1,200 г испытуемого красителя взвешивают на весах и помещают в мерную колбу, растворяют в воде с добавлением 30 см³ раствора уксусной кислоты. Объем раствора в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают.

В коническую колбу вносят мерным цилиндром 25 см³ раствора хлорамина Б и при перемешивании прибавляют пипеткой 25 см³ раствора испытуемого красителя.

Колбу с раствором помещают в охлаждающую баню (смесь льда и соли) и выдерживают 10 мин. За это время раствор должен охладиться до 0 °С, при этом следят за тем, чтобы температура раствора в процессе охлаждения не понизилась ниже 0 °С. При температуре около 0 °С избыток хлорамина удаляют, прибавляя по каплям раствор тиосульфата натрия до прекращения появления сине-фиолетовой окраски в пробе на йодкрахмальной бумаге. На удаление избытка хлорамина должно расходоваться 2—7 см³ раствора тиосульфата натрия. При меньшем расходе раствора тиосульфата натрия необходимо испытание повторить, прибавляя большее количество раствора хлорамина Б.

После удаления избытка хлорамина колбу с испытуемым раствором из бани вынимают, прибавляют к раствору 2 г йодистого калия, взвешенного на весах с точностью до четвертого десятичного знака, и смесь, предварительно охлажденную до 0 °С и состоящую из 25 см³ этилового спирта и 25 см³ ацетона, затем приливают 20 см³ соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия. В конце титрования прибавляют 50 см³ воды и 2—3 см³ раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

Титрование заканчивают, если окраска раствора не изменяется после прибавления избыточных двух капель раствора тиосульфата натрия.

4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю основного вещества (1,4-фенилендиамина) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,0018 V \cdot 500 \cdot 100}{25 m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0018 — количество 1,4-фенилендиамина, соответствующее 1 см³ раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³;

m — масса продукта, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.3.2, 4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).